

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **09012715 A**

(43) Date of publication of application: **14.01.97**

(51) Int. Cl. **C08G 69/26**  
**B29D 31/00**  
**C08K 3/00**  
**C08K 5/00**  
**C08L 77/06**  
**// B29K 77:00**

(21) Application number: **07160736**

(22) Date of filing: **27.06.95**

(71) Applicant: **KURARAY CO LTD**

(72) Inventor: **TAMURA KOZO**  
**OKA HIDEAKI**  
**SUGO NOZOMI**  
**KASHIWAMURA TSUGIFUMI**

(54) **POLYAMIDE AND ITS COMPOSITION**

(57) Abstract:

**PURPOSE:** To obtain both a polyamide and its compositions excellent in mechanical characteristics, heat resistance, thermal decomposition resistance, low water absorption and performances such as heat resistance and chemical resistance, providing a molding which can keep excellent properties of the polyamide and the polyamide composition as they are.

**CONSTITUTION:** This polyamide (A) comprises a dicarboxylic acid unit composed of 60-100mol% 2,6-naphthalene and a diamine unit composed of

60-100mol% 1,9-nonanediamine (ND) unit. Or, the objective polyamide (B) comprises the ND unit and a 2-methyl-1,8-octanediamine unit (MOD unit) (with the proviso that the molar ratio of the MOD unit to the ND unit = (60:400) to (99:1). Both the polyamides have 0.4-3.0dl/g intrinsic viscosity [ $\mu$ ] measured in concentrated sulfuric acid ( $\cong$ 10% terminal end of the polyamide A is sealed). The objective polyamide composition is obtained by mixing 100 pts.wt. of the polyamide with 0.1-200 pts.wt. of a filler. The objective molding comprises the polyamide or the polyamide composition.

**COPYRIGHT:** (C)1997,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

## (12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-12715

(43)公開日 平成9年(1997)1月14日

(51)Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 G 69/26	N S G		C 0 8 G 69/26	N S G
B 2 9 D 31/00		7726-4F	B 2 9 D 31/00	
C 0 8 K 3/00			C 0 8 K 3/00	
	5/00	K K U		5/00 K K U
C 0 8 L 77/06	K K Q		C 0 8 L 77/06	K K Q

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 11 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平7-160736

(22)出願日 平成7年(1995)6月27日

(71)出願人 000001085

株式会社クラレ

岡山県倉敷市酒津1621番地

(72)発明者 田村 興造

岡山県倉敷市酒津2045番地の1 株式会社  
クラレ内

(72)発明者 岡 秀明

岡山県倉敷市酒津2045番地の1 株式会社  
クラレ内

(72)発明者 須郷 望

岡山県倉敷市酒津2045番地の1 株式会社  
クラレ内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ポリアミドおよびその組成物

(57)【要約】

【構成】 ジカルボン酸単位の60～100モル%が2, 6-ナフタレンジカルボン酸単位からなり、ジアミン単位の60～100モル%が1, 9-ノナンジアミン単位 (ND単位) からなるポリアミド (A)、または該ジアミン単位がND単位および2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位 (MOD単位) (但し、ND単位: MOD単位のモル比=60:40～99:1) からなるポリアミド (B) であって、濃硫酸中30℃で測定した極限粘度 $[\eta]$ が0.4～3.0dl/gである (但し、ポリアミド (A) は末端基の10%以上が封止されている) ポリアミド、該ポリアミド100重量部に充填剤を0.1～200重量部配合してなるポリアミド組成物、これらのポリアミドまたはポリアミド組成物からなる成形品。

【効果】 ポリアミドおよびポリアミド組成物は力学特性、耐熱性、耐熱分解性、低吸水性に優れるとともに、耐熱水性、耐薬品性などの性能にも優れる。また成形品は、上記のポリアミドおよびポリアミド組成物が有する優れた諸性質をそのまま保持することができる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ジカルボン酸単位の60～100モル%が2, 6-ナフタレンジカルボン酸単位からなり、ジアミン単位の60～100モル%が1, 9-ノナンジアミン単位からなるポリアミドであって、濃硫酸中30℃で測定した極限粘度 $[\eta]$ が0.4～3.0dl/gであり、かつ末端基の10%以上が封止されているポリアミド。

【請求項2】 ジカルボン酸単位の60～100モル%が2, 6-ナフタレンジカルボン酸単位からなり、ジアミン単位の60～100モル%が1, 9-ノナンジアミン単位および2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位からなり、かつ1, 9-ノナンジアミン単位と2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位のモル比が60対40～99対1であるポリアミドであって、濃硫酸中30℃で測定した極限粘度 $[\eta]$ が0.4～3.0dl/gであるポリアミド。

【請求項3】 請求項1または請求項2に記載のポリアミド100重量部に、充填剤を0.1～200重量部配合してなるポリアミド組成物。

【請求項4】 請求項1または請求項2に記載のポリアミドからなる成形品。

【請求項5】 請求項3記載のポリアミド組成物からなる成形品。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、新規な半芳香族ポリアミド、該ポリアミドに充填剤を配合してなる組成物、並びにそれらの成形品に関する。本発明により提供されるポリアミドおよびポリアミド組成物は、極めて優れた力学特性、耐熱性、耐熱分解性、低吸水性を有するとともに、耐熱水性、耐薬品性などに優れており、例えば、産業資材、工業材料、家庭用品などの成形材料として好適に使用することができる。

## 【0002】

【従来の技術】従来からナイロン6、ナイロン66などに代表される結晶性ポリアミドは、その優れた特性と熔融成形の容易さから、衣料用や産業資材用の繊維、または汎用のエンジニアリングプラスチックとして広く用いられているが、一方では、耐熱性不足、吸水による寸法安定性不良などの問題点も指摘されている。特に近年の表面実装技術(SMT)の進歩に伴うリフローハンダ耐熱性を必要とする電気・電子分野、または年々耐熱性への要求が高まる自動車のエンジンルーム部品などにおいては、従来のポリアミドの使用が困難となってきたり、耐熱性、寸法安定性、力学特性、物理的・化学的特性に優れたポリアミドの出現が望まれているのが実情である。

【0003】このような状況下において、テレフタル酸と1, 6-ヘキサレンジアミンからなるポリアミド(以

下、PA6-Tと略称する)を主成分とする半芳香族ポリアミドが種々提案されている。PA6-Tは、ポリマーの分解温度を超える370℃付近に融点があるため、熔融重合、熔融成形が困難であり、実用には供し得ない。そのため、実際にはアジピン酸、イソフタル酸などのジカルボン酸成分、またはナイロン6などの脂肪族ポリアミドを30～40モル%共重合することにより、実使用可能な温度領域、すなわち280～320℃程度にまで低融点化した組成物で用いられているのが現状である。このように多量の第3成分、場合によっては第4成分を共重合することは、確かにポリマーの低融点化には有効なものの、一方では結晶化速度、到達結晶化度の低下を伴い、その結果、高温下での剛性、耐薬品性、寸法安定性などの諸物性が低下するばかりでなく、成形サイクルの延長に伴う生産性の低下をも招く。また、吸水による寸法安定性などの諸物性の変動に関しても、芳香族基の導入により、従来の脂肪族ポリアミドに比べれば多少改善されているものの、実質的な問題解決のレベルまでには達していない。

【0004】特開昭50-67393号公報には、2, 6-ナフタレンジカルボン酸と炭素数9～13の直鎖状脂肪族ジアミンから得られる半芳香族ポリアミドは耐熱性、耐薬品性、機械特性などに優れていること、上記の直鎖状脂肪族ジアミンの代わりに側鎖を有する脂肪族ジアミンを用いて得られるポリアミドは結晶性が低下するなどして好ましくないことが記載されている。

【0005】特開昭59-126484号公報には、ジカルボン酸単位がナフタレンジカルボン酸単位とテレフタル酸単位などからなり、ジアミン単位が炭素数6～12の脂肪族アルキレンジアミン単位からなるポリアミドを含有するホットメルト型接着剤組成物が記載されているが、該ポリアミドの成形性については一切言及されていない。

【0006】特開平5-310922号公報には、アルキレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシリアミド成分とアミノカルボン酸成分から形成され、前者と後者のモル比が30対70～90対10である共重合ポリアミドは耐熱性、機械特性などに優れることが記載されている。しかしながら、その公報の実施例では、ジアミン単位として1, 6-ヘキサレンジアミン単位を有するポリアミドが得られているにすぎず、また、ジカルボン酸単位として2, 6-ナフタレンジカルボン酸単位は60モル%以下が好ましいことが記載されている。

【0007】特開平5-310923号公報には、アルキレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシリアミド成分とアミノカルボン酸成分から形成され、前者と後者のモル比が10対90～30対70である共重合ポリアミドが記載されており、また特開平6-65371号公報には、ジカルボン酸単位として2, 6-ナフタレンジカルボン酸単位を5～40モル%含有する半芳香族ポリアミ

ドが記載されている。

#### 【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らの研究によれば、特開昭50-67393号公報および特開昭59-126484号公報に記載されているポリアミドは、その末端が封止されておらず、溶融成形時に粘度が不安定となり、均一な成形品が得られないという問題があることが明らかになっている。また、特開平5-310922号公報に記載されているポリアミドの場合、ジカルボン酸単位として2, 6-ナフタレンジカルボン酸単位が60モル%以上の場合、ポリマーの融点と熱分解温度が極めて近く、溶融成形ができないという問題があることが明らかになっている。さらに、特開平5-310923号公報および特開平6-65371号公報に記載されているポリアミドは非晶性であり、耐熱性に劣ることが明らかになっている。

【0009】本発明の目的は、従来の半芳香族ポリアミドに比較して、顕著に改善された力学特性、耐熱性、耐熱分解性、低吸水性を有するとともに、耐熱水性、耐薬品性などに優れたポリアミドを提供することにある。また、本発明は力学特性、耐熱性、低吸水性に優れ、かつ熱変形温度の高いポリアミド組成物を提供することを目的としている。さらに、本発明は、上記の優れた性質を有するポリアミドまたはポリアミド組成物からなる成形品を提供することを目的としている。

#### 【0010】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決すべく本発明者らが鋭意研究を重ねた結果、①2, 6-ナフタレンジカルボン酸を主体とするジカルボン酸と1, 9-ノナンジアミンを主体とするジアミンから得られたポリアミドが、力学特性、耐熱性、耐熱分解性、低吸水性、耐薬品性などに優れていること、②ジアミンとして1, 9-ノナンジアミンと2-メチル-1, 8-オクタンジアミンを特定割合で使用して得られたポリアミドも、上記のポリアミドと同様に優れた性質を有していること、③これらのポリアミドに充填剤を配合してなる組成物が力学特性、耐熱性、耐熱分解性、低吸水性、耐薬品性などに優れた性質を有すること、④かかるポリアミドまたはポリアミド組成物から得られた種々の成形品が該ポリアミドまたはポリアミド組成物の優れた性質を保持していることを見出し、これらの知見に基づいて本発明を完成した。

【0011】すなわち、本発明は、ジカルボン酸単位の60～100モル%が2, 6-ナフタレンジカルボン酸単位からなり、ジアミン単位の60～100モル%が1, 9-ノナンジアミン単位からなるポリアミドであって、濃硫酸中30℃で測定した極限粘度 $[\eta]$ が0.4～3.0dl/gであり、かつ末端基の10%以上が封止されているポリアミド〔以下、これをポリアミド

(A)と称することがある〕であり、またジカルボン酸

単位の60～100モル%が2, 6-ナフタレンジカルボン酸単位からなり、ジアミン単位の60～100モル%が1, 9-ノナンジアミン単位および2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位からなり、かつ1, 9-ノナンジアミン単位と2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位のモル比が60対40～99対1であるポリアミドであって、濃硫酸中30℃で測定した極限粘度 $[\eta]$ が0.4～3.0dl/gであるポリアミド〔以下、これをポリアミド(B)と称することがある〕である。そして、本発明は、上記のポリアミド100重量部に充填剤を0.1～200重量部配合してなるポリアミド組成物である。さらに、本発明は、上記のポリアミドまたはポリアミド組成物からなる成形品である。

【0012】本発明では、ポリアミドを構成するジカルボン酸単位の60モル%以上が2, 6-ナフタレンジカルボン酸から誘導される単位であり、その割合は90モル%以上であるのが好ましい。2, 6-ナフタレンジカルボン酸単位が60モル%未満の場合には、得られるポリアミド組成物は力学特性、耐熱性、耐熱分解性などの諸性質が劣ったものになる。

【0013】2, 6-ナフタレンジカルボン酸単位以外の他のジカルボン酸単位としては、例えばマロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ジメチルマロン酸、3, 3-ジエチルコハク酸、2, 2-ジメチルグルタル酸、2-メチルアジピン酸、トリメチルアジピン酸などの脂肪族ジカルボン酸；1, 3-シクロペンタンジカルボン酸、1, 3-シクロヘキサンジカルボン酸、1, 4-シクロヘキサンジカルボン酸などの脂環式ジカルボン酸；テレフタル酸、イソフタル酸、1, 4-ナフタレンジカルボン酸、2, 7-ナフタレンジカルボン酸、1, 3-フェニレンジオキシジ酢酸、1, 4-フェニレンジオキシジ酢酸、ジフェン酸、4, 4'-オキシジ安息香酸、4, 4'-ビフェニルジカルボン酸、ジフェニルメタン-4, 4'-ジカルボン酸、ジフェニルスルホン-4, 4'-ジカルボン酸などの芳香族ジカルボン酸などから誘導される単位が挙げられ、これらの単位は1種または2種以上であってもよい。さらに、本発明のポリアミド組成物が有する上記した性質を損なわない範囲内において、トリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸などの3価以上の多価カルボン酸から誘導される単位を含ませることもできる。

【0014】本発明では、ポリアミドを構成するジアミン単位の60モル%以上が1, 9-ノナンジアミンから誘導される単位であり、その割合は90モル%以上であるのが好ましい。1, 9-ノナンジアミン単位が60モル%未満の場合には、得られるポリアミド組成物の耐熱分解性・低吸水性などの諸性質が劣ったものになる。

【0015】1, 9-ノナンジアミン単位以外の他のジアミン単位としては、例えばエチレンジアミン、プロピ

レンジアミン、1, 4-ブタンジアミン、1, 6-ヘキサレンジアミン、1, 8-オクタンジアミン、1, 10-デカンジアミン、1, 12-ドデカンジアミン、2-メチル-1, 5-ペンタンジアミン、3-メチル-1, 5-ペンタンジアミン、2-メチル-1, 8-オクタンジアミン、2, 2, 4-トリメチル-1, 6-ヘキサレンジアミン、2, 4, 4-トリメチル-1, 6-ヘキサレンジアミン、5-メチル-1, 9-ノナンジアミンなどの脂肪族ジアミン；シクロヘキサレンジアミン、メチルシクロヘキサレンジアミン、イソホロンジアミン、ノルボルナジメチルアミン、トリシクロデカンジメチルアミンなどの脂環式ジアミン；p-フェニレンジアミン、m-フェニレンジアミン、p-キシリレンジアミン、m-キシリレンジアミン、4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、4, 4'-ジアミノジフェニルスルホン、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテルなどの芳香族ジアミンなどから誘導される単位が挙げられ、これらの単位は1種または2種以上であってもよい。

【0016】上記の他のジアミン単位としては、2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位が好ましい。ジアミン単位として、1, 9-ノナンジアミン単位および2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位が併存する場合、ジアミン単位の60~100モル%が1, 9-ノナンジアミン単位および2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位からなり、かつ1, 9-ノナンジアミン単位と2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位のモル比が60対40~99対1の範囲にある場合には、得られるポリアミドは力学特性、耐熱分解性、低吸水性、耐薬品性などに優れる。1, 9-ノナンジアミン単位と2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位のモル比は、70対30~98対2の範囲にあることが好ましく、80対20~95対5の範囲にあることがより好ましい。 \*

$$\text{封止率 (\%)} = [(A-B) \div A] \times 100 \quad (I)$$

[式中、Aは分子鎖末端基総数（これは通常、ポリアミド分子の数の2倍に等しい）を表し、Bはカルボキシル基末端およびアミノ基末端の合計数を表す。]

【0020】末端封止剤としては、ポリアミド末端のアミノ基またはカルボキシル基と反応性を有する単官能性の化合物であれば特に制限はないが、反応性および封止末端の安定性などの点から、モノカルボン酸またはモノアミンを使用するのが好ましく、取扱いの容易さなどの点から、モノカルボン酸を使用するのがより好ましい。その他、無水フタル酸などの酸無水物、モノイソシアネート、モノ酸ハロゲン化物、モノエステル類、モノアルコール類なども使用できる。

【0021】末端封止剤として使用されるモノカルボン酸としては、アミノ基との反応性を有するものであれば特に制限はないが、例えば、酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉草酸、カブロン酸、カプリル酸、ラウリン酸、トリデシル酸、ミリスチン酸、パルチミン酸、ステアリン

\* 【0017】本発明のポリアミド(A)は、その分子鎖の末端基の10%以上が末端封止剤により封止されている必要がある。その末端封止率は40%以上であるのが好ましく、70%以上であるのがより好ましい。また、ポリアミド(B)は、その分子鎖の末端基の10%以上が末端封止剤により封止されているのが好ましい。その末端封止率は40%以上であるのがより好ましく、70%以上であるのがさらに好ましい。末端封止率が10%以上であれば、ポリアミドの熔融成形時の粘度変化が少なく、得られる成形品は本発明のポリアミドが有する優れた諸性質をそのまま保持することができる。

【0018】末端の封止率は、ポリアミドに存在しているカルボキシル基末端、アミノ基末端および末端封止剤によって封止された末端の数をそれぞれ測定し、下記の式(I)により求めることができる。各末端基の数は、<sup>1</sup>H-NMRにより、各末端基に対応する特性シグナルの積分値より求めるのが精度、簡便さの点で好ましい。末端封止剤によって封止された末端の特性シグナルが同定できない場合には、ポリアミドの極限粘度[η]を測定し、

$$M_n = 21900 [\eta] - 7900 \quad (\text{式中、} M_n \text{は数平均分子量を表す。})$$

$$\text{分子鎖末端基総数 (eq/g)} = 2 / M_n$$

の関係式を用いて分子鎖末端基総数を算出する。さらに、滴定によりポリアミドのカルボキシル基末端の数(eq/g) [ポリアミドのベンジルアルコール溶液を0.1N水酸化ナトリウムで滴定] およびアミノ基末端の数(eq/g) [ポリアミドのフェノール溶液を0.1N塩酸で滴定] を測定し、下記の式(I)により末端の封止率を求める。

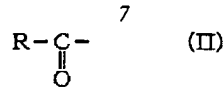
【0019】

酸、ピバリン酸、イソブチル酸などの脂肪族モノカルボン酸；シクロヘキサカルボン酸などの脂環式モノカルボン酸；安息香酸、トルイル酸、α-ナフタレンカルボン酸、β-ナフタレンカルボン酸、メチルナフタレンカルボン酸、フェニル酢酸などの芳香族モノカルボン酸；またはこれらの任意の混合物を挙げることができる。これらのうち、反応性、封止末端の安定性、価格などの点から、酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉草酸、カブロン酸、カプリル酸、ラウリン酸、トリデシル酸、ミリスチン酸、パルチミン酸、ステアリン酸、安息香酸が特に好ましい。

【0022】本発明で用いられるポリアミドのアミノ基末端は、これらのモノカルボン酸で封止されることにより、下記の一般式(II)で示される封止末端を形成する。

【0023】

【化1】



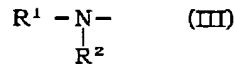
(式中、Rは上記のモノカルボン酸からカルボキシル基を除いた残基を表し、例えばアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アラルキル基を表す。)

【0024】末端封止剤として使用されるモノアミンとしては、カルボキシル基との反応性を有するものであれば特に制限はないが、例えば、メチルアミン、エチルアミン、プロピルアミン、ブチルアミン、ヘキシルアミン、オクチルアミン、デシルアミン、ステアシルアミン、ジメチルアミン、ジエチルアミン、ジプロピルアミン、ジブチルアミンなどの脂肪族モノアミン；シクロヘキシルアミン、ジシクロヘキシルアミンなどの脂環式モノアミン；アニリン、トルイジン、ジフェニルアミン、ナフチルアミンなどの芳香族モノアミン；またはこれらの任意の混合物を挙げることができる。これらのうち、反応性、沸点、封止末端の安定性、価格などの点から、ブチルアミン、ヘキシルアミン、オクチルアミン、デシルアミン、ステアシルアミン、シクロヘキシルアミン、アニリンが特に好ましい。

【0025】本発明で用いられるポリアミドのカルボキシル基末端は、これらのモノアミンで封止されることにより、下記的一般式(III)で示される封止末端を形成する。

【0026】

【化2】



(式中、R<sup>1</sup>は上記のモノアミンからアミノ基を除いた残基を表し、例えばアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アラルキル基を表す。R<sup>2</sup>は水素原子または上記のモノアミンからアミノ基を除いた残基を表し、例えば水素原子、アルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アラルキル基を表す。)

【0027】上記の末端封止剤の使用量は、用いる末端封止剤の反応性、沸点、反応装置、反応条件などによって変化するが、通常、ポリアミドを製造する際の原料であるジカルボン酸とジアミンの総モル数に対して0.1

～15モル%の範囲内で使用される。

【0028】本発明で用いられるポリアミドは、結晶性ポリアミドを製造する方法として知られている任意の方法を用いて製造することができる。本発明者らの研究によれば、触媒および場合により末端封止剤を、最初にジアミンおよびジカルボン酸に一括して添加し、ナイロン塩を製造した後、一旦200～250℃の温度において濃硫酸中30℃における極限粘度[η]が0.1～0.6dl/gのプレポリマーとし、次いでこれを固相重合するか、または溶融押出機を用いて重合することによ

り、容易に本発明で用いられるポリアミドを得ることができる。プレポリマーの極限粘度[η]が0.1～0.6dl/gの範囲内であると、後重合の段階においてカルボキシル基とアミノ基のモルバランスのずれや重合速度の低下が少なく、さらに分子量分布の小さな、各種性能や成形性に優れたポリアミドが得られる。上記の固相重合は、減圧下または不活性ガス流通下に行うのが好ましく、その重合温度が200～280℃の範囲内であれば、重合速度が大きく、生産性に優れ、着色やゲル化を有効に抑えることができる。溶融押出機により重合を行う場合、重合温度が370℃以下であれば、ポリアミドの分解が殆どなく、劣化の無いポリアミドが得られる。

【0029】上記の触媒としては、例えばリン酸、亜リン酸、次亜リン酸またはそれらの塩またはエステル、具体的には、カリウム、ナトリウム、マグネシウム、バナジウム、カルシウム、亜鉛、コバルト、マンガン、錫、タングステン、ゲルマニウム、チタン、アンチモンなどの金属塩やアンモニウム塩；エチルエステル、イソプロピルエステル、ブチルエステル、ヘキシルエステル、デシルエステル、イソデシルエステル、オクタデシルエステル、ステアシルエステル、フェニルエステルなどが使用できる。

【0030】その他、必要に応じて、銅化合物などの安定剤；着色剤；紫外線吸収剤；光安定化剤；ヒンダードフェノール系、ヒンダードアミン系、リン系、硫黄系などの酸化防止剤；帯電防止剤；臭素化ポリマー、酸化アンチモン、金属水酸化物などの難燃剤；結晶核剤；可塑剤；潤滑剤などをポリアミドの重合前、重合中または重合後に適宜添加することもできる。

30 【0031】本発明で用いられるポリアミドは、濃硫酸中30℃で測定した極限粘度[η]が0.4～3.0dl/gの範囲のものであり、0.6～2.0dl/gの範囲のものが好ましく、0.8～1.8dl/gの範囲のものがより好ましい。ポリアミドの極限粘度[η]が上記の範囲内であれば、本発明のポリアミドおよびポリアミド組成物は成形性に優れ、得られる成形品は上記した諸性質に優れる。

40 【0032】本発明では、充填剤として、従来より知られている粉末状、繊維状、クロス状などの各種形態を有する充填剤を用いることができる。

50 【0033】粉末状充填剤としては、例えばシリカ、シリカアルミナ、アルミナ、酸化チタン、酸化亜鉛、窒化ホウ素、タルク、マイカ、チタン酸カリウム、ケイ酸カルシウム、硫酸マグネシウム、ホウ酸アルミニウム、アスベスト、ガラスビーズ、カーボンブラック、グラファイト、二硫化モリブデン、ポリテトラフルオロエチレンなどを挙げることができる。これらの粉末状充填剤は、平均粒径が0.1～200μmの範囲にあるものが好ましく、1～100μmの範囲にあるものがより好ましい。粉末状充填剤を使用する場合には、ポリアミド組成

物から得られる成形品は寸法安定性、耐熱特性、化学的物物理的特性、摺動特性などに優れる。

【0034】繊維状充填剤としては、例えばポリパラフェニレンテレフタルアミド繊維、ポリメタフェニレンテレフタルアミド繊維、ポリパラフェニレンイソフタルアミド繊維、ポリメタフェニレンイソフタルアミド繊維、ジアミノジフェニルエーテルとテレフタル酸もしくはイソフタル酸からの縮合物から得られる繊維などの全芳香族ポリアミド繊維、または全芳香族液晶ポリエステル繊維、ビニロン繊維などの有機系の繊維状充填剤；ガラス繊維、炭素繊維、アルミナ繊維、金属繊維、ホウ素繊維などの無機系の繊維状充填剤が挙げられる。これらの繊維状充填剤は、平均長が0.05～50mmの範囲にあるものが好ましく、平均長が1～10mmの範囲にあるものがより好ましい。これらの繊維状充填剤はクロス状などに2次加工されていてもよい。このような繊維状充填剤を使用する場合には、ポリアミド組成物から得られる成形品は摺動特性に顕著に優れるうえに、力学特性、耐熱特性、化学的物物理的特性などにも優れる。

【0035】上記の充填剤は1種または2種以上の組合わせで用いることができる。充填剤の配合量は、ポリアミド100重量部に対して0.1～200重量部である。この配合量の範囲であれば、得られるポリアミド組成物は本発明の上記の優れた性質を発現することができる。充填剤の配合量は、ポリアミド100重量部に対して0.1～150重量部であるのが好ましく、0.5～100重量部であるのがより好ましい。なお、上記の充填剤はシランカップラー、チタンカップラーなどで処理されていてもよい。

【0036】本発明のポリアミドおよびポリアミド組成物は成形性が良好であり、射出成形法、ブロー成形法、押出し成形法、圧縮成形法、延伸成形法、真空成形法などの各種方法により成形が可能である。具体的にはシート、フィルム、ボトル、繊維などの各種形状の成形品に

することができる。かかる成形品としては、例えば電動工具、一般工業用部品、ギア、カムなどの機械部品、コネクタ、スイッチ、リレー、MID、プリント配線板、電子部品のハウジングなどのような電子部品、フィルム、シート、繊維などの種々の形態の成形品を挙げることができる。特に、自動車用途の成形品、例えば自動車の内外装部品、エンジンルーム内の部品、電装部品などに好適に使用することができる。

【0037】

【実施例】以下、本発明を実施例などにより具体的に説明するが、本発明はそれにより何ら制限されるものではない。以下の例において、極限粘度、末端封止率、熱分解温度、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率の測定を下記の方法により行った。

【0038】〈極限粘度 $[\eta]$ 〉濃硫酸中、30℃にて、0.05、0.1、0.2、0.4g/dlの濃度の試料の固有粘度( $\eta_{inh}$ )を測定し、これを濃度0に外挿した値を極限粘度 $[\eta]$ とした。

$$\eta_{inh} = [\ln(t_1/t_0)]/c$$

[式中、 $\eta_{inh}$ は固有粘度(dl/g)を表し、 $t_0$ は溶媒の流下時間(秒)を表し、 $t_1$ は試料溶液の流下時間(秒)を表し、 $c$ は溶液中の試料の濃度(g/dl)を表す。]

【0039】〈末端封止率〉 $^1H-NMR$ (500MHz、重水素化トリフルオロ酢酸中、50℃で測定)を用い、各末端基ごとの特性シグナルの積分値よりカルボキシル基末端、アミノ基末端および封止末端の数をそれぞれ測定し、前記の式(I)より末端封止率を求めた。測定に用いた代表的なシグナルの化学シフト値を表1に示す。

【0040】

【表1】

末端記の種類	特性シグナルの化学シフト値
	$\delta$ 8.8 ppm
	$\delta$ 8.3 ppm
	$\delta$ 3.3 ppm
	$\delta$ 3.1 ppm
	$\delta$ 7.6 ppm

【0041】〈熱分解温度〉熱重量分析計（メトラー社製、TG-50）を用いて、窒素気流下で測定した。昇温速度10℃/分での10%重量損失時の温度を熱分解温度とした。

【0042】〈引張強度、熱変形温度〉融点より約20\*

\*℃高い温度で射出成形した絶乾状態の試料片を、以下の方法で測定した。

【0043】

【表2】

試験項目	試験方法	試験片寸法
引張強度	J I S K - 7 1 1 3	J I S 1号ダンベル型（3mm厚み）
熱変形温度	A S T M D 6 4 8 (荷重 18.5kg/cm <sup>2</sup> )	127×14×6.4mm

【0044】〈吸水率〉J I S 1号ダンベル型射出成形片を秤量し、次いで23℃の水中に1日間浸漬した後、秤量して、増量分の浸漬前の重量に対する割合（%）として求めた。

【0045】〈熱水処理後の強度保持率〉J I S 1号ダンベル型射出成形片を、耐圧オートクレーブ中で、120℃、2気圧下で、240時間スチーム処理した。処理後の成形片の引張強度の処理前の値に対する保持率（%）を求めた。

【0046】〈アルコール処理後の強度保持率〉J I S 1号ダンベル型射出成形片を、メタノール中に23℃で1週間浸漬した。成形片の引張強度の浸漬前の値に対する保持率（%）を求めた。

【0047】【実施例1】2，6-ナフタレンジカルボン酸の4237.3g（19.6モル）、1，9-ノナ

ンジアミンの3165.8g（20.0モル）、安息香酸の97.7g（0.8モル）、次亜リン酸ナトリウム一水和物の7.5g（原料に対して0.1重量%）および蒸留水の2.2リットルを内容積20リットルのオートクレーブに入れ、窒素置換した。100℃で30分間攪拌し、2時間かけて内部温度を210℃に昇温した。この時、オートクレーブは22kg/cm<sup>2</sup>まで昇圧した。そのまま1時間反応を続けた後、230℃に昇温し、その後、2時間、230℃に温度を保ち、水蒸気を徐々に抜いて圧力を22kg/cm<sup>2</sup>に保ちながら反応させた。次いで、30分かけて圧力を10kg/cm<sup>2</sup>まで下げ、さらに1時間反応させて、極限粘度 $[\eta]$ が0.25dl/gのプレポリマーを得た。このプレポリマーを、100℃、減圧下で12時間乾燥し、2mm以下の大ききまで粉碎した。これを230℃、0.1mm



13

Hg下に、10時間固相重合し、極限粘度 $[\eta]$ が1.11dl/g、末端封止率が91%である白色のポリアミドを得た。得られたポリアミドの熱分解温度を測定し、その値を表3に示した。

【0048】上記のポリアミドをシリンダー温度330℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの結果を下記の表3に示した。

【0049】【実施例2】実施例1において、ジアミンとして1,9-ノナンジアミンの2690.9g(17.0モル)および2-メチルー1,8-オクタンジアミンの474.87g(3.0モル)を使用した以外は、実施例1に記載した方法により、極限粘度 $[\eta]$ が1.10dl/g、末端封止率が92%である白色のポリアミドを得た。得られたポリアミドの熱分解温度を測定し、その値を表3に示した。

【0050】上記のポリアミドをシリンダー温度320℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表3に示した。

【0051】【実施例3】実施例1において、2,6-ナフタレンジカルボン酸の4254.6g(19.68モル)および安息香酸の8.2g(0.64モル)を使用し、かつジアミンとして1,9-ノナンジアミンの2690.9g(17.0モル)および2-メチルー1,8-オクタンジアミンの474.87g(3.0モル)を使用した以外は、実施例1に記載した方法により、極限粘度 $[\eta]$ が1.08dl/g、末端封止率が71%である白色のポリアミドを得た。得られたポリアミドの熱分解温度を測定し、その値を表3に示した。

【0052】上記のポリアミドをシリンダー温度320℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表3に示した。

【0053】【実施例4】実施例1において、2,6-ナフタレンジカルボン酸の4323.8g(20.0モル)および安息香酸の48.8g(0.4モル)を使用し、かつジアミンとして1,9-ノナンジアミンの2690.9g(17.0モル)および2-メチルー1,8-オクタンジアミンの474.87g(3.0モル)を使用した以外は、実施例1に記載した方法により、極限粘度 $[\eta]$ が1.12dl/g、末端封止率が43%である白色のポリアミドを得た。得られたポリアミドの熱分解温度を測定し、その値を表3に示した。

【0054】上記のポリアミドをシリンダー温度320℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後

14

の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表3に示した。

【0055】【実施例5】実施例1において、2,6-ナフタレンジカルボン酸の4375.7g(20.24モル)および安息香酸の19.5g(0.16モル)を使用し、ジアミンとして1,9-ノナンジアミンの2690.9g(17.0モル)および2-メチルー1,8-オクタンジアミンの474.87g(3.0モル)を使用し、かつ次亜リン酸ナトリウムの7.6gを使用した以外は、実施例1に記載した方法により、極限粘度 $[\eta]$ が1.16dl/g、末端封止率が22%である白色のポリアミドを得た。得られたポリアミドの熱分解温度を測定し、その値を表4に示した。

【0056】上記のポリアミドをシリンダー温度320℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表4に示した。

【0057】【比較例1】実施例1において、2,6-ナフタレンジカルボン酸の4410.3g(20.4モル)および次亜リン酸ナトリウムの7.4gを使用し、かつ安息香酸を使用しなかった以外は、実施例1に記載した方法により、極限粘度 $[\eta]$ が1.13dl/g、末端封止率が0%である白色のポリアミドを得た。得られたポリアミドの熱分解温度を測定し、その値を表4に示した。

【0058】上記のポリアミドをシリンダー温度330℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表4に示した。

【0059】【比較例2】実施例1において、2,6-ナフタレンジカルボン酸の4107.6g(19.0モル)および安息香酸の366.4g(3.0モル)を使用し、ジアミンとして1,9-ノナンジアミンの2690.9g(17.0モル)および2-メチルー1,8-オクタンジアミンの474.87g(3.0モル)を使用し、かつ次亜リン酸ナトリウムの7.6gを使用した以外は、実施例1に記載した方法により、極限粘度

$[\eta]$ が0.38dl/g、末端封止率が70%である白色のポリアミドを得た。得られたポリアミドの熱分解温度を測定し、その値を表4に示した。

【0060】上記のポリアミドをシリンダー温度320℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表4に示した。

【0061】【比較例3】実施例1において、ジカルボン酸として2,6-ナフタレンジカルボン酸の2291.6g(10.6モル)およびテレフタル酸の162

8. 1 g (9. 8モル) 使用し、ジアミンとして1, 10-デカンジアミンの3446. 4 g (20. 0モル) を使用し、かつ次亜リン酸ナトリウムの7. 4 g を使用して、安息香酸を使用しなかった以外は、実施例1に記載した方法により、極限粘度 $[\eta]$ が1. 16 dl/g、末端封止率が0%である白色のポリアミドを得た。得られたポリアミドの熱分解温度を測定し、その値を表4に示した。

\*

実施例		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
ポリアミド組成物	ジカルボン酸成分 (モル%)	NDC (100)	NDC (100)	NDC (100)	NDC (100)
	ジアミン成分 (モル%)	C9DA (100)	C9DA/MC8DA (85/15)	C9DA/MC8DA (85/15)	C9DA/MC8DA (85/15)
	極限粘度 $[\eta]$ (dl/g)	1. 11	1. 10	1. 08	1. 12
	末端封止率 (%)	91	92	71	43
	熱分解温度 (°C)	453	446	446	445
成形品物性	引張強度 (kg/cm <sup>2</sup> )	1010	980	980	990
	熱変形温度 (°C)	260	258	257	258
	吸水率 (%)	0. 16	0. 16	0. 15	0. 16
	熱水処理後の強度保持率 (%)	98	98	95	83
	アルコール処理後の強度保持率 (%)	75	77	68	65

【0064】

【表4】

実施例または比較例		実施例5	比較例1	比較例2	比較例3
ポリアミド組成物	ジカルボン酸成分 (モル%)	NDC (100)	NDC (100)	NDC (100)	NDC/TA (52/48)
	ジアミン成分 (モル%)	C9DA/MC8DA (85/15)	C9DA (100)	C9DA/MC8DA (85/15)	C10DA (100)
	極限粘度 $[\eta]$ (dl/g)	1. 16	1. 13	0. 38	1. 16
	末端封止率 (%)	22	0	70	0
	熱分解温度 (°C)	445	441	439	433
成形品物性	引張強度 (kg/cm <sup>2</sup> )	980	970	—	820
	熱変形温度 (°C)	258	257	—	164
	吸水率 (%)	0. 16	0. 17	—	0. 32
	熱水処理後の強度保持率 (%)	67	42	—	45
	アルコール処理後の強度保持率 (%)	61	596	—	43

【0065】上記の表3および表4で用いた化合物に関する略号とその化合物内容は、下記の表7に示すとおりである。

【0066】【実施例6】実施例1で得られたポリアミドを減圧下に120℃で24時間乾燥し、得られた乾燥ポリアミド100重量部と平均長6mmのガラス繊維 (ピーピージー社製、PPG3540) 50重量部をドライブレンドした。このブレンド物を1軸押出機 (スクリュウ径40mm、L/D=28、シリンダー温度=320~350℃、回転数=60rpm) を用いて熔融混練し、ペレット化することによってポリアミド組成物を得た。この組成物をシリンダー温度330℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表5に示した。

\*【0062】上記のポリアミドをシリンダー温度320℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表4に示した。

【0063】

【表3】

【0067】【実施例7】実施例6において、実施例2で得られたポリアミドを用いた以外は、実施例6に記載した方法で組成物とし、次いで組成物をシリンダー温度320℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表5に示した。

【0068】【実施例8】実施例6において、実施例2で得られたポリアミドを用い、かつ平均長6mmのガラス繊維 (前記のとおり) 40重量部および平均粒径5~6mmのタルク (土屋カオリン工業株式会社製、PKP-80) 10重量部を用いた以外は、実施例6に記載した方法で組成物とし、次いで組成物をシリンダー温度320℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表5に示した。

定し、それらの値を下記の表5に示した。

【0069】【実施例9】実施例6において、実施例2で得られたポリアミドを用い、かつ平均長3mmのカーボン繊維（東レ株式会社製、T008A）50重量部を用いた以外は、実施例6に記載した方法で組成物とし、次いで組成物をシリンダー温度320℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表5に示した。

【0070】【実施例10】実施例6において、実施例2で得られたポリアミドを用い、かつ平均粒径5～6mmのタルク（前記のとおり）50重量部を用いた以外は、実施例6に記載した方法で組成物とし、次いで組成物をシリンダー温度320℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処

\*理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表6に示した。

【0071】【比較例4】実施例6において、実施例2で得られたポリアミド100重量部を用い、かつ平均長6mmのガラス繊維（前記のとおり）300重量部を用いた以外は、実施例6に記載した方法で配合したが、得られた組成物は不均一な混練物であり、射出成形を行うことは不可能であった。

【0072】【比較例5】実施例6において、比較例3で得られたポリアミドを用いた以外は、実施例6に記載した方法で組成物とし、次いで組成物をシリンダー温度320℃、金型温度100℃で射出成形した。得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表6に示した。

【0073】

【表5】

実施例		実施例6	実施例7	実施例8	実施例9
ポリ アミ ド 組 成 物 性	ジカルボン酸成分 (モル%)	NDC (100)	NDC (100)	NDC (100)	NDC (100)
	ジアミン成分 (モル%)	C9DA (100)	C9DA/MC8DA (85/15)	C9DA/MC8DA (85/15)	C9DA/MC8DA (85/15)
	極限粘度[η] (dl/g)	1.11	1.10	1.10	1.10
	末端封止率(%)	91	92	92	92
	熱分解温度(℃)	453	446	446	446
充填剤およびその配合量 (#97:F100重量部に対する重量部)		ガラス繊維 50	ガラス繊維 50	ガラス繊維/タルク 40/10	カーボン繊維 50
成 形 品 物 性	引張強度(kg/cm <sup>2</sup> )	2200	2190	2150	2200
	熱変形温度(℃)	>270	>270	>270	>270
	吸水率(%)	0.10	0.10	0.11	0.10
	熱水処理後の強度保持率(%)	98	98	98	99
	アルコール処理後の強度保持率(%)	75	74	74	70

【0074】

【表6】

実施例または比較例		実施例10	比較例4	比較例5
ポリ アミ ド 組 成 物 性	ジカルボン酸成分 (モル%)	NDC (100)	NDC (100)	NDC/TA (52/48)
	ジアミン成分 (モル%)	C9DA/MC8DA (85/15)	C9DA/MC8DA (85/15)	C10DA (100)
	極限粘度[η] (dl/g)	1.10	1.10	1.16
	末端封止率(%)	92	92	0
	熱分解温度(℃)	446	446	433
充填剤およびその配合量 (#97:F100重量部に対する重量部)		タルク 50	ガラス繊維 300	ガラス繊維 50
成 形 品 物 性	引張強度(kg/cm <sup>2</sup> )	1050	—	1870
	熱変形温度(℃)	>270	—	180
	吸水率(%)	0.11	—	0.28
	熱水処理後の強度保持率(%)	95	—	78
	アルコール処理後の強度保持率(%)	71	—	45

【0075】上記の表5および表6で用いた化合物に関する略号とその化合物内容は、下記の表7に示すとおりである。

【0076】

【表7】

19

20

略 号	化 合 物
NDC	2, 6-ナフタレンジカルボン酸
TA	テレフタル酸
C9DA	1, 9-ノナンジアミン
MC8DA	2-メチル-1, 8-オクタンジアミン
C10DA	1, 10-デカンジアミン

## 【0077】

【発明の効果】本発明のポリアミドおよびポリアミド組成物は力学特性、耐熱性、耐熱分解性、低吸水性に優れるとともに、耐熱水性、耐薬品性などの性能にも優れる。

また本発明の成形品は、上記のポリアミドおよびポリアミド組成物が有する優れた諸性質をそのまま保持することができる。

---

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

// B 2 9 K 77:00

(72)発明者 柏村 次史

岡山県倉敷市酒津2045番地の1 株式会社  
クラレ内

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成14年5月22日（2002.5.22）

【公開番号】特開平9-12715

【公開日】平成9年1月14日（1997.1.14）

【年通号数】公開特許公報9-128

【出願番号】特願平7-160736

【国際特許分類第7版】

C08G 69/26 NSG

B29D 31/00

C08K 3/00

5/00 KKU

C08L 77/06 KKQ

// B29K 77:00

【F I】

C08G 69/26 NSG

B29D 31/00

C08K 3/00

5/00 KKU

C08L 77/06 KKQ

【手続補正書】

【提出日】平成14年2月22日（2002.2.22）

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正内容】

【0014】本発明のポリアミド（A）においては、ポリアミドを構成するジアミン単位の60モル%以上が1,9-ノナンジアミンから誘導される単位であり、その割合は90モル%以上であるのが好ましい。1,9-ノナンジアミン単位が60モル%未満の場合には、得られるポリアミド組成物の耐熱分解性・低吸水性などの諸性質が劣ったものになる。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】変更

【補正内容】

【0016】上記の他のジアミン単位としては、2-メチル-1,8-オクタンジアミン単位が好ましい。また、ポリアミド（B）においては、ジアミン単位として、1,9-ノナンジアミン単位および2-メチル-1,8-オクタンジアミン単位が併存するが、ジアミン単位の60～100モル%が1,9-ノナンジアミン単位および2-メチル-1,8-オクタンジアミン単位からなり、かつ1,9-ノナンジアミン単位と2-メチル

-1,8-オクタンジアミン単位のモル比が60対40～99対1の範囲にある場合には、得られるポリアミドは力学特性、耐熱分解性、低吸水性、耐薬品性などに優れる。1,9-ノナンジアミン単位と2-メチル-1,8-オクタンジアミン単位のモル比は、70対30～98対2の範囲にあることが好ましく、80対20～95対5の範囲にあることがより好ましい。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0071

【補正方法】変更

【補正内容】

【0071】〔比較例4〕

実施例6において、比較例3で得られたポリアミドを用いた以外は、実施例6に記載した方法で組成物とし、次いで組成物をシリンダー温度320℃、金型温度100℃で射出成形した。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0072

【補正方法】変更

【補正内容】

【0072】得られた成形片について、引張強度、熱変形温度、吸水率、熱水処理後の強度保持率、アルコール処理後の強度保持率を測定し、それらの値を下記の表6に示した。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【0074】

【補正対象項目名】0074

【表6】

【補正方法】変更

【補正内容】

実施例または比較例			実施例 10	比較例 4
ポ リ ア ミ ド	組 成	ジカルボン酸成分 (モル%)	NDC (100)	NDC/TA (52/48)
		ジアミン成分 (モル%)	C9DA/MC8DA (85/15)	C10DA (100)
	物 性	極限粘度 [η] (dl/g)	1.10	1.16
		末端封止率 (%)	92	0
		熱分解温度 (℃)	446	433
充填剤およびその配合量 (ポリアミド100重量部に対する重量部)			タルク 50	ガラス繊維 50
成 形 品 物 性		引張強度 (kg/cm <sup>2</sup> )	1050	1870
		熱変形温度 (℃)	>270	180
		吸水率 (%)	0.11	0.28
		熱水処理後の強度保持率 (%)	95	78
		アルコール処理後の強度保持率 (%)	71	45